

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-301461

(43)Date of publication of application : 31.10.2000

(51)Int.Cl.

B24D 3/00

B24D 3/02

B24D 3/28

(21)Application number : 11-114227

(71)Applicant : NIPPEI TOYAMA CORP

(22)Date of filing : 21.04.1999

(72)Inventor : OKUYAMA TETSUO
FUKUDA KOJI
MURAI SHIRO

(54) MANUFACTURE OF GRINDING TOOL AND POLISHING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To uniformly disperse abrasive grains and resin particulates and prevent a bulky particulate from falling off by dispersing abrasive grains and resin particulates in liquid-like medium, followed by sedimenting the abrasive grains and the resin particulates by gravity, and solidifying them.

SOLUTION: Abrasive grains and resin particulates are dispersed in liquid-like medium, and after sufficiently stirring to uniformize it, it is stationarily set to sediment the abrasive grains together with the resin particulates. After completing sedimentation, the liquid-like medium is removed, the sediment is dried as it is or dried after compression molding, and hence manufacturing of a grinding tool is completed. According to the sort of resin, heating compression or heating process after compression molding can be executed. For obtaining a grinding tool uniformly containing the abrasive grains, sedimentation rate of the abrasive grains and the resin particulates are desirable to make nearly equal to each other. Accordingly it is important to regulate the apparent specific gravity and the grain size of the abrasive grain and the resin. When the sedimentation rate of both is different, gradient is generated in the thickness direction of the obtained grinding tool.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-301461

(P2000-301461A)

(43) 公開日 平成12年10月31日 (2000. 10. 31)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テーマコード* (参考) |
|---------------------------|-------|--------------|-----------------|
| B 2 4 D 3/00 | 3 4 0 | B 2 4 D 3/00 | 3 4 0 3 C 0 6 3 |
| | 3 5 0 | | 3 5 0 |
| 3/02 | 3 1 0 | 3/02 | 3 1 0 A |
| 3/28 | | 3/28 | |

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平11-114227

(22) 出願日 平成11年4月21日 (1999. 4. 21)

(71) 出願人 000152675

株式会社日平トヤマ

東京都品川区南大井6丁目26番2号

(72) 発明者 奥山 哲雄

神奈川県横須賀市神明町1番地 株式会社
日平トヤマ技術センター内

(72) 発明者 福田 敏二

神奈川県横須賀市神明町1番地 株式会社
日平トヤマ技術センター内

(74) 代理人 100080791

弁理士 高島 一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 砥石の製造方法および研磨方法

(57) 【要約】

【解決手段】 液状媒体に分散した砥粒および樹脂微粒子を重力による沈降によって凝集固化化することを特徴とする砥石の製造方法。

【効果】 本発明の砥石の製造方法によれば、重力による沈降を利用しているので、砥粒および樹脂微粒子が沈降時に最密充填に近い構造をとり、したがって得られた砥石は砥粒密度が大きくなり、しかも安定でこわれにくいものとなる。すなわち砥粒および樹脂微粒子の均一な分散が得られるので、得られた砥石は均一な密度および空孔分布をもち、こわれにくく、特に粗大粒子の脱落のないものとなる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 砥粒および樹脂微粒子を液状媒体に分散し、次いで砥粒および樹脂微粒子を重力によって沈降せしめ、固化化することを特徴とする砥石の製造方法。

【請求項2】 砥粒および樹脂微粒子を液状媒体に分散してなる分散液がカップリング剤を含む請求項1記載の砥石の製造方法。

【請求項3】 沈降を、遠心力をかけて行うことを特徴とする請求項1記載の砥石の製造方法。

【請求項4】 砥粒を、液状媒体に樹脂微粒子を分散した樹脂の水系エマルジョンに分散することを特徴とする請求項1記載の砥石の製造方法。

【請求項5】 請求項1によって得られる砥石を使用して、シリコンウエーハを研磨することを特徴とするシリコンウエーハの研磨方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、硬脆材料を加工するのに用いられる砥石の製造方法に関する。さらに詳しくは、シリコンウエーハの精密加工に適し、砥石表面の粗度が微細かつ均一である砥粒密度の大きい砥粒結合砥石を製造する方法、およびそれを使用したシリコンウエーハの研磨方法に関する。

【0002】

【従来の技術】砥石は、砥粒とケイ酸ナトリウムなどの無機化合物、樹脂、ゴムなどの結合剤との圧搾成形によって製造される。このような砥石を用いてシリコンウエーハなどの硬脆材料を研磨する場合に、試料表面に傷を付けずに、より平滑な研磨面を得るには、砥粒の粒径を細かくする必要がある。ところが、上記のような方法では、砥粒を細かくすると比表面積が増大するため、均一な混合が困難となり、結果として均一で緻密な表面を有する砥石を得ることはできない。微粒砥粒を分散させる分散液に通電することにより、分散液中の微粒砥粒を電気化学的に凝集固化することによって砥石を製造する試みが、特開平7-16878号公報、同9-248767号公報などに提案されている。しかし、この方法では使用できる砥石や結合剤が制限されるうえ、砥粒が電極に堆積するにしがって電気化学的狀態が変わってくるために、均一で大きな砥石を得ることは困難であった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は従来技術の有する上記のような問題点を鑑みなされたものであり、その目的とするところは、微細かつ均一な表面を有する砥粒結合砥石の製造方法を提供することである。言い換えれば、シリコンウエーハなどの硬脆材料を精密に加工でき、研磨中に砥粒が脱落して加工表面にスクラッチなどダメージを与えることのない砥石の製造方法を提供するものである。本発明の他の目的は、砥粒密度が大きいか

つその分布にかたよりのない砥粒結合砥石の製造方法を提供するものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】上記目的は以下の発明によって達成される。すなわち本発明は下記の通りである。

(1) 砥粒および樹脂微粒子を液状媒体に分散し、次いで砥粒および樹脂微粒子を重力によって沈降せしめ、固化化することを特徴とする砥石の製造方法。

(2) 砥粒および樹脂微粒子を液状媒体に分散してなる分散液がカップリング剤を含む上記(1)記載の砥石の製造方法。

(3) 沈降を、遠心力をかけて行うことを特徴とする上記(1)記載の砥石の製造方法。

(4) 砥粒を、液状媒体に樹脂微粒子を分散した樹脂の水系エマルジョンに分散することを特徴とする上記

(1)記載の砥石の製造方法。

(5) 上記(1)によって得られる砥石を使用して、シリコンウエーハを研磨することを特徴とするシリコンウエーハの研磨方法。

【0005】

【発明の実施の形態】本発明における砥粒として、 Al_2O_3 、 SiO_2 、 ZrO_2 、 SiC 、ダイヤモンド、 CBN 、 B_4C 、 Fe_2O_3 、 Cr_2O_3 、 CeO_2 、 ZrB_2 、 TiB_2 、 TiC などを挙げることができる。なかでも、 Al_2O_3 、 SiO_2 、 CeO_2 、ダイヤモンドが好ましく使用できる。粒子の大きさは、平均粒子径が $10\mu m$ 以下、望ましくは $5\mu m$ 以下、さらに望ましくは $1\mu m$ 以下、とりわけ望ましくは $0.2\mu m$ 以下であるが、研削、研磨対象により適宜選択することができる。形状は球形あるいは球形に近いものが好ましいが、研削対象により他の形状の粒子も使用することができる。小さい一次粒子が凝集したため非球形となった粒子も有効に使用できる。

【0006】上記砥粒は特に表面処理することなくそのまま使用することもできるが、砥石の使用目的により各種の表面処理を施したものも使用される。例えば、ニッケル、銅などの金属で被覆されている場合、樹脂でコーティングされている場合、シランカップリング剤、チタンカップリング剤などのカップリング剤でコーティングされている場合、 SiO_2 などの酸化物でコーティングされている場合などである。

【0007】本発明において樹脂は砥粒の結合剤として機能するが、微粒子を形成することができ、液体媒体、特に水性媒体に分散あるいは乳化しうるものであれば特に制限なく使用できる。砥粒の結合剤として使用しうる樹脂としては、ASA樹脂、セルロースプラスチック、塩素化ポリエーテル、塩素化ポリエチレン、ジアリルフタレート樹脂、エチレン- α -オレフィン共重合体、エチレン-酢酸ビニル-塩化ビニル重合体、エチレン-塩

化ビニル重合体、EVA樹脂、FRP、フラン樹脂、フッ素樹脂、ポリアミドイミド、ポリアリレート、ポリアリルスルホン、ポリブタジエン、ポリブチレン、ポリベンゾイミダゾール、エポキシ樹脂、ビニルエステル系エポキシ樹脂、アイオノマー、オレフィン-ビニルアルコール共重合体、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート（PEN）、ポリブチレンテレフタレート、芳香族ポリエステルなどのポリエステル樹脂、メタクリル-スチレン共重合体、ニトリル樹脂、超高分子ポリエチレン、水架橋ポリエチレン、高密度ポリエチレン、線状低密度ポリエチレン、中密度ポリエチレン、低密度ポリエチレン、ポリイミド、熱可塑性ポリイミド、ポリアミノビスマレイミド、ポリケトン、メタクリル樹脂、ポリメチルペンテン、ノルボルネン樹脂、ポリオレフィン、ポリプロピレン、ポリフェニレンエーテル、ポリエチレンオキサ이드、ポリフェニレンスルフィド、ポリスルホン、シリコン、不飽和ポリエステル樹脂、ポリ酢酸ビニル、キシレン樹脂、ポリスチレン、SAN、液晶プラスチック、石油樹脂、ポリアセタール、フェノール樹脂、ポリアミド（ポリアミド610、ポリアミド612、ポリアミド46）、強化ポリアミド、変性ポリアミド、ポリカーボネート、PC/ABSアロイ、PC/AESアロイ、ポリエーテルエーテルケトン、ポリエーテルイミド、ポリエーテルケトン、ポリエーテルニトリル、ポリエーテルスルホン、ポリチオエーテルスルホン、スチレン共重合体、ブタジエン-スチレン樹脂、ポリビニルアセタール、ポリウレタン、ポリビニルアルコール、ポリ塩化ビニル、アクリル変性ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ABS樹脂、ACS樹脂、AES樹脂、ABS/PVCアロイ、アルキド樹脂、アミノ樹脂、ビスマレイミドトリアジン樹脂、メラミン樹脂などが挙げられる。なかでも好ましいものとして、アルキド樹脂（短油アルキド樹脂、中油アルキド樹脂、長油アルキド樹脂、フタル酸アルキド樹脂）、変性アルキド樹脂（フェノール変性アルキド樹脂、スチレン化アルキド樹脂）、アミノアルキド樹脂、オイルフリーアルキド樹脂；アクリル樹脂；ポリエステル樹脂；メラミン樹脂（ブチル化メラミン樹脂、メチル化メラミン樹脂）、尿素メラミン樹脂；フェノール樹脂（フェノール変性マレイン酸樹脂、天然樹脂変性フェノール樹脂、フェノール変性ペンタエリスリトール樹脂）、アルコール可溶性フェノール樹脂；ポリウレタン樹脂（ポリエステル系ポリウレタン、油変性ポリウレタン）、ポリアミド樹脂、エポキシ樹脂、フッ素樹脂（ポリフッ化ビニリデン）などが挙げられる。

【0008】微粒子状の樹脂の量は、砥粒1重量部に対して0.2～3.0重量部、望ましくは0.5～2.0重量部の割合とする。樹脂の量が少ないと、研磨時に砥粒が脱落しやすく、砥石の寿命が短くなるほか、スクラッチの発生など加工面を傷つける場合がある。また樹脂

の量が多いと砥粒の量が減り、研磨能率が低下するため実用性がない。

【0009】微粒子の平均粒径は0.2～20 μm 、望ましくは0.3～5 μm である。粒子径が0.2 μm 未満であると沈殿は技術的に困難であり、また20 μm を超えると通常の砥石作成で分散が容易に行えなくなる。

【0010】砥粒および樹脂微粒子を分散させる液状媒体としては、水のほか、エタノール、イソプロパノール、ブタノール、エチレングリコール、プロピレングリコール、メチルセロソルブ、エチルセロソルブ、ブチルセロソルブ、アセトン、メチルエチルケトン、テトラヒドロフラン、ジオキサンなどの有機溶媒を用いることができる。これらの有機溶媒は水に混合して水性媒体として用いられるものが好ましい。またこれらの有機溶媒は樹脂を水分散化するために使用し、樹脂が水に分散された後に共沸などにより除去することもある。液状媒体には砥粒および樹脂微粒子の分散を容易にするために、通常、分散剤や乳化剤が使用される。このほか、シランカップリング剤、チタンカップリング剤などのカップリング剤、粘度調整剤、pH調整剤、増粘剤、消泡剤などを含んでもよい。

【0011】砥粒が樹脂微粒子といっしょになって沈降するのを助けるため、および得られる砥石において砥粒が樹脂から離れて脱落するのを抑制するために、シランカップリング剤、チタンカップリング剤などのカップリング剤で処理した砥粒を用いるか、砥粒および樹脂微粒子を液状媒体に分散してなる分散液中にこれらカップリング剤を含有させるのが望ましい。

【0012】分散液中の砥粒および樹脂微粒子の濃度は、これらが均一に分散できる範囲で適宜選択されるが、通常は砥粒が1～20重量%、樹脂微粒子が1～20重量%である。

【0013】本発明において、砥粒を均一に含有する砥石を得るためには、砥粒および樹脂微粒子の沈降速度をほぼ等しくすることが望ましい。このために、砥粒および樹脂の見かけ比重および粒子の大きさを調整することが重要である。両者の沈降速度が異なる時は得られる砥石の厚み方向に勾配を生じる。

【0014】砥粒と樹脂は、分散液中で別個に存在してもよいし、砥粒が樹脂微粒子中に含有されて存在してもよい。後者の場合は砥粒と樹脂微粒子の沈降速度を調整する必要がない点において望ましい。

【0015】分散液の調製は、樹脂エマルジョンや樹脂分散液に砥粒あるいは砥粒の分散液を加えることにより行うことができる。また、前述の水混和性の有機溶媒に樹脂を溶解し、これに砥粒を添加、次いでこの砥粒分散樹脂溶媒を水中に攪拌しながら添加することにより、砥粒を含有する樹脂微粒子の分散液を製造することができる。

【0016】砥石の製造は、上記砥粒および樹脂微粒子

を液状媒体に分散させ、よく攪拌して均一にした後、これを静置して、砥粒および樹脂微粒子を共に沈降させて行う。カップリング処理した砥粒を使用するか、分散液中にカップリング剤を加えておくと砥粒が樹脂微粒子に付着結合して沈降することもある。沈降する道程は、1～20cmとするのが好ましい。本発明において沈降を加速し、また沈降した砥粒および樹脂の嵩を小さくするために、遠心力を利用することもできる。遠心力は2～20G程度でよい。

【0017】沈降が終了した後、液状媒体を除去し、沈降物をそのまま乾燥するか、圧縮成形の後乾燥して砥石の製造を終了する。樹脂の種類によっては加熱圧縮あるいは圧縮成形の後加熱処理を行うこともできる。

【0018】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0019】実施例1

スチレン20重量部、メチルメタクリレート30重量部およびジビニルベンゼン1重量部を、1000mlの水中で乳化重合し、スチレン／メチルメタクリレート共重合体のエマルジョンを得る。平均粒径2μmのシランカップリング処理した酸化ジルコニア粒子3重量部を上記エマルジョンに加え、攪拌して均一に分散させる。次いでこの分散液を、低部の直径が8cmの円筒状容器に入れ、一昼夜放置し、酸化ジルコニアおよび樹脂を沈降させた。上部の水を除去し、沈降物を弱い圧力をかけて残っている水分を除いた後、45℃で3時間乾燥し、その後80℃、1時間加熱して砥石を製造した。

【0020】この砥石を用いてシリコンウエーハを研磨した。5×10×20mmのブロック形状の砥石を台金に貼り付け、直径110mmのカップ砥石として、シリコンウエーハの片面研削を行った。シリコンウエーハおよび砥石は相対速度が50m/minになるようにそれぞれ周方向に回転しながら5分間研磨した。研磨を5分間行ったときのシリコンウエーハの平均厚さは750μm、平坦度は0.13μm、表面粗さ(Ra)は9nmであった。また、シリコンウエーハ表面にはスクラッチ

は全くみられなかった。なお、試験方法を下記に示す。

ウエーハの平均厚さおよび平坦度

SEMIM1に準じる。ADE社製の測定器を使用する。平坦度とはここではSEMIM1のGBIRをいう。

表面粗さ(Ra)

JISB0601「表面粗さの定義と表示」に準じ、触針式表面粗度測定器により測定した。

スクラッチの有無

ウエーハの面に平行に近い角度で照明を当て、肉眼で観察されない場合は顕微鏡を使って、観察した。

【0021】実施例2

スルホン酸ナトリウム塩基を300eq/10³kg含有する熱可塑性ポリエステル35gをテトラヒドロフラン350mlに溶解し、これに平均粒径0.2μmの疎水性シリカを加えて均一に分散した。この分散液を攪拌しながら水650ml中に加えて疎水性シリカ粒子を含有するポリエステル粒子の水分散液を得た。1N塩酸水溶液を上記水分散液に加えてpHを5に調整した後、直径25mm高さ150mmの円筒容器に上記水分散液10mlを入れ、これを遠心分離機に取り付け、30分間遠心分離した。上澄の液体媒体を除去し、沈殿物を分離し、50℃で乾燥して砥石を製造した。この砥石を用いて実施例1と同様にシリコンウエーハを研磨した。研磨を5分間行ったときのシリコンウエーハの平均厚さは750μm、平坦度は0.2μm、表面粗さ(Ra)は7nmであった。また、シリコンウエーハ表面にはスクラッチは全くみられなかった。

【0022】

【発明の効果】本発明の砥石の製造方法によれば、重力による沈降を利用しているので、砥粒および樹脂微粒子が沈降時に最密充填に近い構造をとり、したがって得られた砥石は砥粒密度が大きくでき、しかも安定でこわれにくいものとなる。すなわち砥粒および樹脂微粒子の均一な分散が得られるので、得られた砥石は均一な密度および空孔分布をもち、こわれにくく、特に粗大粒子の脱落のないものとなる。

フロントページの続き

(72)発明者 村井 史朗
神奈川県横須賀市神明町1番地 株式会社
日平トヤマ技術センター内

Fターム(参考) 3C063 AA02 AB02 BB07 BC03 BC04
BD01 CC01 CC30 EE01 EE10
EE26 FF22 FF30